



Application No. 10/626,498
Response dated September 22, 2005
In Reply to USPTO Corres. of Aug. 25, 2005
Attorney Docket No. 116-031421

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Application No. : 10/626,498 Confirmation No. 1980
Applicants : MASAMI AMEMIYA ET AL.
Filed : July 24, 2003
Title : X-RAY ANALYZER
Art Unit : 2882
Examiner : Krystyna Suchecki
Customer No. : 28289

Mail Stop ISSUE FEE
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

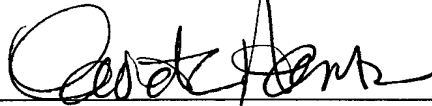
CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. § 119

Sir:

Attached hereto is a certified copy of Japanese Patent Application No. 2002-218126 which corresponds to the above-identified United States patent application and which was filed in the Japanese Patent Office on July 26, 2002. The priority benefits provided by Section 119 of the Patent Act of 1952 are claimed for the above application.

Respectfully submitted,

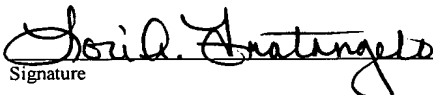
THE WEBB LAW FIRM

By 

David C. Hanson, Reg. No. 23,024
Attorney for Applicants
700 Koppers Building
436 Seventh Avenue
Pittsburgh, PA 15219-1845
Telephone: 412-471-8815
Facsimile: 412-471-4094
E-Mail: webblaw@webblaw.com

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on September 22, 2005.

Lori A. Fratangelo
(Name of Person Mailing Paper)

 09/22/2005
Signature Date

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 7 月 2 6 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 2 1 8 1 2 6
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 2 - 2 1 8 1 2 6]

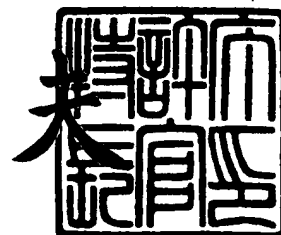
出 願 人
Applicant(s): 日本電子株式会社
 日本電子エンジニアリング株式会社

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

2 0 0 3 年 9 月 2 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 20020042

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G01N 23/223

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都昭島市武蔵野 3 丁目 1 番 2 号 日本電子エンジニアリング株式会社内

 【氏名】 小 関 雅 人

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都昭島市武蔵野 3 丁目 1 番 2 号 日本電子エンジニアリング株式会社内

 【氏名】 雨 宮 將 美

【特許出願人】

 【識別番号】 000004271

 【氏名又は名称】 日本電子株式会社

 【代表者】 原 田 嘉 晏

 【電話番号】 042-542-2165

【特許出願人】

 【識別番号】 000232324

 【氏名又は名称】 日本電子エンジニアリング株式会社

 【代表者】 飯 塚 一 誠

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 008280

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 X線分析装置

【特許請求の範囲】

【請求項1】 X線管からの1次X線を試料に照射し、その1次X線照射によって試料から発生した2次X線を検出して試料分析を行うようにしたX線分析装置において、

次の構成要素(a), (b), (c)を備えたX線フィルタを、前記X線管と前記試料との間に配置したことを特徴とするX線分析装置

(a) 前記X線管からの1次X線を濾波する第1 X線フィルタ

(b) 前記第1 X線フィルタを透過したX線を濾波する第2 X線フィルタ

(c) 前記第2 X線フィルタを透過したX線を濾波する第3 X線フィルタ。

【請求項2】 前記X線管のターゲットはロジウムからなり、前記第1 X線フィルタはジルコニウムからなり、前記第2 X線フィルタは銅または亜鉛またはニッケルからなり、前記第3 X線フィルタはモリブデンからなることを特徴とする請求項1記載のX線分析装置。

【請求項3】 前記X線管のターゲットはロジウムからなり、前記第1 X線フィルタは銅または亜鉛またはニッケルからなり、前記第2 X線フィルタはジルコニウムからなり、前記第3 X線フィルタはモリブデンからなることを特徴とする請求項1記載のX線分析装置。

【請求項4】 前記X線管のターゲットはロジウムからなり、前記第1 X線フィルタは銅または亜鉛またはニッケルからなり、前記第2 X線フィルタはモリブデンからなり、前記第3 X線フィルタはジルコニウムからなることを特徴とする請求項1記載のX線分析装置。

【請求項5】 前記X線管のターゲットはモリブデンからなり、前記第1 X線フィルタはモリブデンからなり、前記第2 X線フィルタは銅または亜鉛またはニッケルからなり、前記第3 X線フィルタはモリブデンからなることを特徴とする請求項1記載のX線分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、蛍光X線分析装置などのX線分析装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、地球環境問題は深刻化の度合いを増し、さらに複雑化している。この地球環境問題を受け、EU（欧州連合）は、廃電気電子リサイクル指令（WEEE）および特定物質の使用制限指令（RoHS）を発信し、その危険性を法制化という手段で警鐘を鳴らした。このRoHSで使用を制限された物質は、カドミウム（Cd）、鉛（Pb）、水銀、六価クロム、ポリ臭化ビフェニール、ポリ臭化ディフェニールエーテルの6物質である。

【0003】

そして、現在、流通している電気電子機器に使用されている部品の大部分はプラスチックであるが、このプラスチック中には、RoHSで使用を制限されたカドミウムや鉛などが含まれている。そこで、最近では、プラスチック中に含まれるカドミウムや鉛の量を正確に測定することが必要となっている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、これまでの分析装置では、プラスチック中に含まれる数ppm～数十ppmの微量カドミウムの正確な分析結果は得られていない。

【0005】

分析装置の1つである蛍光X線分析装置を用いても、その正確な分析結果は得られていない。この原因は、蛍光X線分析により得られたX線スペクトル中のバックグラウンドにあり、微量カドミウムのスペクトルピークのバックグラウンドは、そのカドミウムのスペクトルピークに対してかなり大きい。すなわち、P/B比はかなり悪い。

【0006】

本発明はこのような点に鑑みて成されたもので、その目的は、プラスチック中の微量カドミウムの量を正確に測定できるX線分析装置を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】 この目的を達成する本発明のX線分析装置

は、X線管からの1次X線を試料に照射し、その1次X線照射によって試料から発生した2次X線を検出して試料分析を行うようにしたX線分析装置において、前記X線管からの1次X線を濾波する第1 X線フィルタと、前記第1 X線フィルタを透過したX線を濾波する第2 X線フィルタと、前記第2 X線フィルタを透過したX線を濾波する第3 X線フィルタとを備えたX線フィルタを、前記X線管と前記試料との間に配置している。

【0 0 0 8】

【発明の実施の形態】 以下、図面を用いて本発明の実施の形態について説明する。

【0 0 0 9】

図1は、本発明のX線分析装置の一例を示した図であり、エネルギー分散形X線分光装置（EDS）を備えた蛍光X線分析装置を示した図である。

【0 0 1 0】

図1において、1は試料室カバーであり、2は試料室である。この試料室2には試料ホルダ3が配置されており、その試料ホルダ3には試料としてプラスチック4がセットされている。プラスチック4は、鉛を1%程度含み、カドミウムを数ppm～数十ppm含んでいる。

【0 0 1 1】

5はX線管であり、X線管5はロジウム（Rh）からなるターゲットを有している。

【0 0 1 2】

6はX線フィルタであり、X線フィルタ6は、X線管5と試料4との間に配置されている。このX線フィルタ6は、円形のジルコニウム箔よりなる第1 X線フィルタ6 aと、円形の銅箔よりなる第2 X線フィルタ6 bと、円形のモリブデン箔よりなる第3 X線フィルタ6 cとを備えている。それらのフィルタは、図1に示すように、X線管5から試料4の方に向けて、第1フィルタ6 a、第2フィルタ6 b、第3フィルタ6 cの順に配置されている。

【0 0 1 3】

なお、第1フィルタ6 aの厚さは100 μ m程度、第2フィルタ6 bの厚さは

200 μ m 程度、第3 フィルタ 6 c の厚さは 40 μ m 程度である。

【0014】

また、図1中、7は半導体X線検出器であり、試料4からのX線は半導体X線検出器7で検出される。

【0015】

半導体X線検出器7の出力信号はマイクロチャンネルアナライザ(MCA)8に入力されるように構成されている。そして、MCA8の出力信号は中央制御装置(CPU)9に入力されるように構成されている。

【0016】

MCA8は、半導体X線検出器7の出力信号をそのエネルギーに応じて分離し、CPU9の記憶部10には、各エネルギーに対応してX線強度信号が積算して記憶される。すなわち、試料の分析が進むにつれて、そのX線強度信号の強度は大きくなる。この記憶部10に記憶されたデータは、CPU9のスペクトル表示部11に送られるように構成されており、スペクトル表示部11はこのデータに基づき、X線スペクトルをディスプレイ12の画面上に表示させるように構成されている。たとえば、スペクトル表示部11における現在の設定は、Cd K α ピークに関するX線スペクトルがディスプレイ12の画面上に表示されるようになっている。

【0017】

以上、図1の装置構成について説明した。以下、動作説明を行う。

【0018】

まず、プラスチック試料4の分析時には、X線管フィラメント(図示せず)と前記Rhターゲット間に所定の電圧V1が印加されて、X線管フィラメントからの電子線はRhターゲットを照射する。この電子線照射により、Rhターゲットから1次X線が放射される。図2(a)の実線は、そのRhターゲットから放射される1次X線のX線スペクトルを示したものである。

【0019】

この図2(a)のX線スペクトルから分かるように、X線管5のRhターゲットから放射される1次X線のX線スペクトルには、Rh Lピーク、Rh K α ピーク

ク、 $RhK\beta$ ピーク、 $RhK\beta_2$ ピークが存在しており、それらの各ピークは大きなバックグラウンド上についている。なお、カドミウムの $CdK\alpha$ 線のエネルギー（波長）は 23.127 keV であって、 $RhK\beta_2$ 線のエネルギー（ 23.170 keV ）とほぼ同じである。

【0020】

さて、X線管5のRhターゲットから放射された1次X線は、まず、X線フィルタ6の第1フィルタ6aに入射する。この第1フィルタ6aはジルコニウム箔からなっており、図2（a）の点線は、そのジルコニウム（Zr）のX線吸収特性を示したものである。図2（a）に示すように、Zrの吸収端のエネルギーは、 $RhK\alpha$ 線のエネルギー（ 20.189 keV ）よりやや低い 17.993 keV である。

【0021】

このようなZrからなる第1フィルタ6aにおいて、前記X線管5からの1次X線の一部は吸収される。図2（b）の実線は、その第1フィルタ6aを透過した1次X線（第2フィルタ6bに入射する前の1次X線）のX線スペクトルを示したものである。

【0022】

この図2（b）のX線スペクトルから分かるように、第1フィルタ6aを透過した1次X線のX線スペクトルには、Zrの吸収端付近のエネルギーをもつピーク P_1 、 $RhK\alpha$ ピーク、 $RhK\beta$ ピーク、 $RhK\beta_2$ ピークが存在している。しかし、 $RhK\alpha$ ピーク、 $RhK\beta$ ピーク、 $RhK\beta_2$ ピークの強度は、図2（a）の場合より著しく低下しており、また、それらのピークのバックグラウンドも図2（a）の場合より著しく小さくなっている。

【0023】

次に、第1フィルタ6aを透過した1次X線は、第2フィルタ6bに入射する。この第2フィルタ6bは銅箔からなっており、図2（b）の点線は、その銅（Cu）のX線吸収特性を示したものである。図2（b）に示すように、Cuの吸収端のエネルギーは、 8.978 keV である。

【0024】

このようなCuからなる第2フィルタ6bにおいて、前記第1フィルタ6aを透過した1次X線の一部は吸収される。図2(c)の実線は、その第2フィルタ6bを透過した1次X線(第3フィルタ6cに入射する前の1次X線)のX線スペクトルを示したものである。

【0025】

この図2(c)のX線スペクトルから分かるように、第2フィルタ6bを透過した1次X線のX線スペクトルには、図2(b)の場合と同様に、RhK α ピーク、RhK β ピーク、RhK β_2 ピークは依然として存在している。しかし、図2(b)におけるピークP₁は、図2(c)のX線スペクトルには存在していない。一方、図2(c)のX線スペクトルには、CuK α ピークが新たに発生している。これは、銅箔からなる第2フィルタ6bが1次X線によって励起されて発生したものである。

【0026】

次に、第2フィルタ6bを透過した1次X線は、第3フィルタ6cに入射する。この第3フィルタ6cはモリブデン箔からなっており、図2(c)の点線は、そのモリブデン(Mo)のX線吸収特性を示したものである。図2(c)に示すように、Moの吸収端のエネルギーは、19.996keVである。

【0027】

このようなMoからなる第3フィルタ6cにおいて、前記第2フィルタ6bを透過した1次X線の一部は吸収される。図2(d)は、その第3フィルタ6cを透過した1次X線のX線スペクトルを示したものである。

【0028】

この図2(d)のX線スペクトルから分かるように、第3フィルタ6cを透過した1次X線のX線スペクトルには、図2(a)～(c)において存在していたX線ピークは存在しておらず、また、広いエネルギー範囲にわたってバックグラウンドの原因になる1次X線は押さえられている。図2(d)においてX線強度が示されているのは、RhK β_2 線のエネルギー位置よりさらに高エネルギー側の部分P₂だけであり、これは、RhK β_2 線よりもさらに高エネルギーを有する1次X線(XH)によるものである。

【0029】

したがって、このような1次X線(XH)がプラスチック試料4を照射すると、試料4で反射して検出器7で検出される1次X線は、その1次X線(XH)だけであり、それより低いエネルギーの1次X線が検出されることはない。これは、バックグラウンドが発生しないことを意味している。

【0030】

一方、この1次X線(XH)は高エネルギーを有するので、プラスチック中のカドミウム(Cd)や鉛(Pb)を励起するには十分である。

【0031】

この結果、CPU9の記憶部10には、最終的に、図2(e)の実線で示すようなX線強度信号が記憶される。ここに現れているCdK α ピークは、プラスチック試料4から発生したCdK α 線のみによって形成されたものであり、その中に他のX線によるバックグラウンドは含まれていない。同様に、ここに現れているPbL α ピークとPbL β ピークは、プラスチック試料4から発生したPbL α 線とPbL β 線のみによってそれぞれ形成されたものであり、その中に他のX線によるバックグラウンドは含まれていない。なお、図2(e)の破線は、X線管と試料間にフィルタを置かなかったときのX線スペクトルを示したものである。

【0032】

このため、CPU9は、この記憶部10に記憶されたデータに基づき、プラスチック試料4中の微量カドミウムや鉛の量を求めれば、正確な定量分析結果を得ることができる。また、スペクトル表示部11はこのデータに基づき、CdK α ピークに関するX線スペクトルをディスプレイ12の画面上に表示させる。

【0033】

なお、従来、鉛(Pb)を含んだプラスチックの蛍光X線分析では、分析結果のX線スペクトル上において、PbのサンプークがCdK α スペクトルピークのバックグラウンドを押し上げていた。このバックグラウンドの上昇は、PbL α 線とPbL β 線が同時にX線検出されたときに最も強く出ていたが、本発明ではこのサンプークの出現を抑えることができるようになった。それは、上述したように、カドミウム(Cd)や鉛(Pb)を励起するには十分な1次X線(XH)だけ

を試料に照射するようにして、従来よりも試料を照射する 1 次 X 線の量を制限したためであり、これによって、Pb のサムピークの発生確率を格段と下げることができるようになった。

【0034】

以上、図 1 の蛍光 X 線分析装置について説明したが、本発明はこの例に限定されるものではない。

【0035】

たとえば、上記例において、第 2 X 線フィルタを、亜鉛またはニッケルでつくるようにしてもよい。

【0036】

また、前記第 1 X 線フィルタを銅または亜鉛またはニッケルでつくり、前記第 2 X 線フィルタをジルコニウムでつくり、前記第 3 X 線フィルタをモリブデンでつくるようにしてもよい。また、前記第 1 X 線フィルタを銅または亜鉛またはニッケルでつくり、前記第 2 X 線フィルタをモリブデンでつくり、前記第 3 X 線フィルタをジルコニウムでつくるようにしてもよい。

【0037】

また、前記 X 線管のターゲットがモリブデンのときは、前記第 1 X 線フィルタをモリブデンでつくり、前記第 2 X 線フィルタを銅または亜鉛またはニッケルでつくり、前記第 3 X 線フィルタをモリブデンでつくるようにすれば、上記例と同様な効果を得ることができる。なお、このときの第 1 X 線フィルタの厚さは 80 μm 程度、第 2 X 線フィルタの厚さは 200 μm 程度、第 3 X 線フィルタの厚さは 40 μm 程度にすればよい。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の一例を示した図である。

【図 2】 図 1 の装置の動作説明に利用した図である。

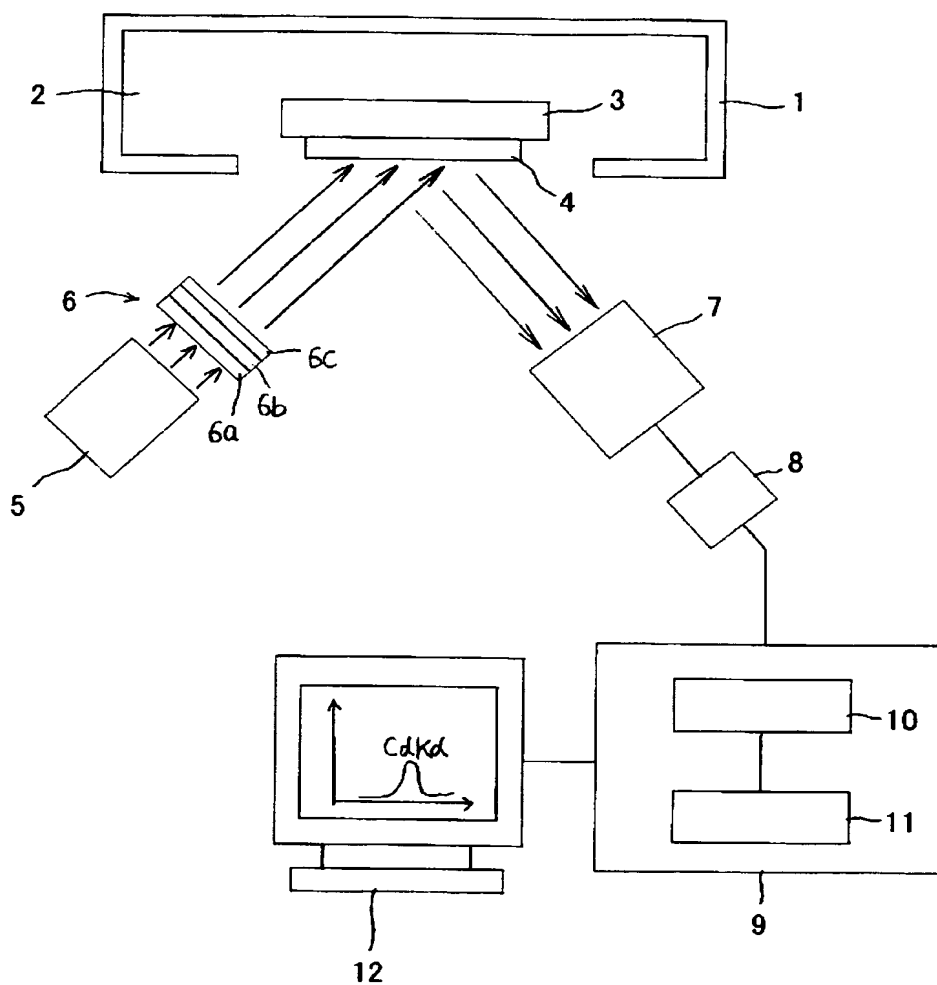
【符号の説明】

1…試料室チャンバ、2…試料室、3…試料ホルダ、4…試料、5…X 線管、6…X 線フィルタ、7…半導体 X 線検出器、8…MCA、9…CPU、10…記憶部、11…スペクトル表示部、12…ディスプレイ

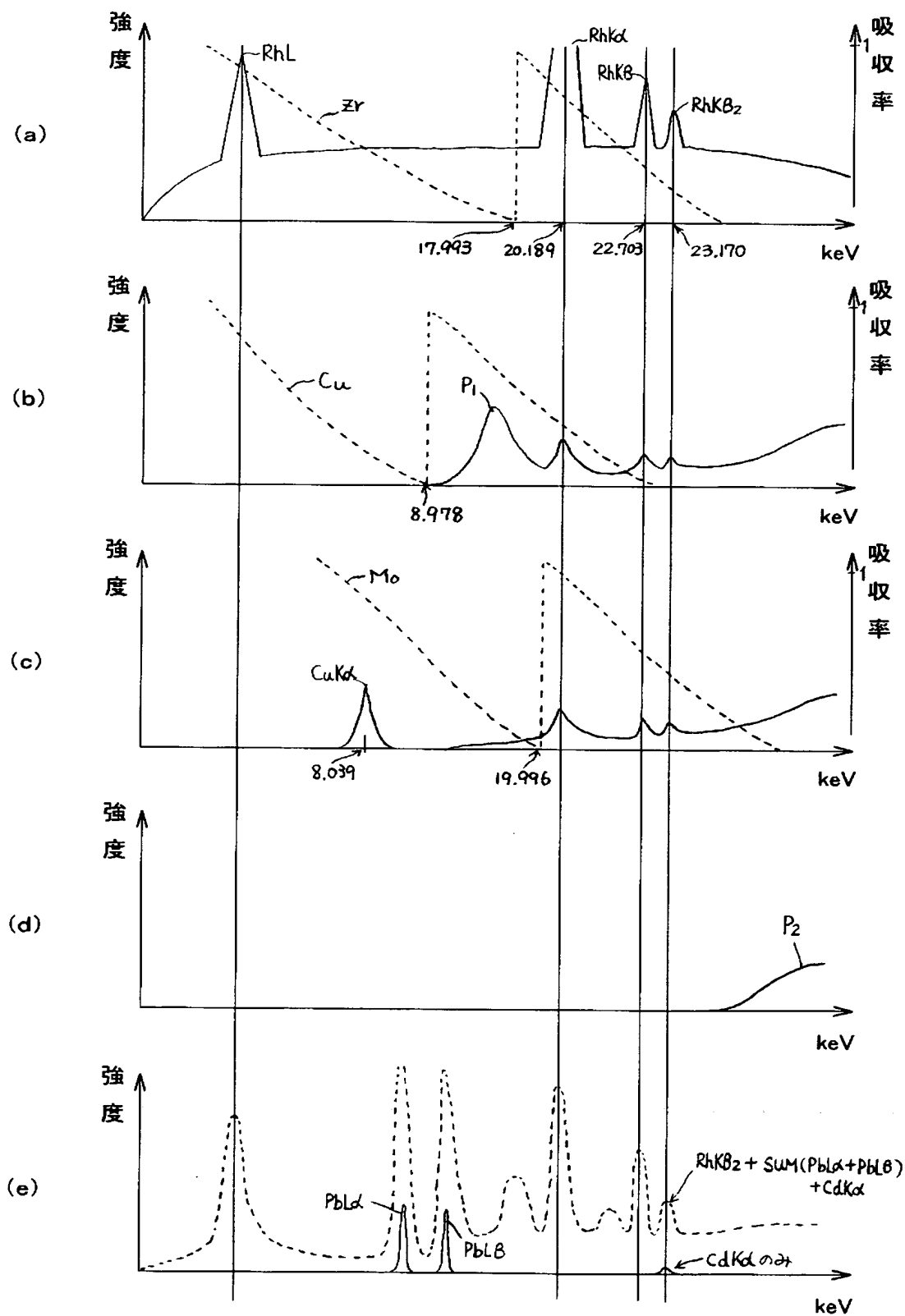
【書類名】

図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 プラスチック中の微量カドミウムの量を正確に測定できる X 線分析装置を提供する。

【解決手段】 Rh ターゲットを有する X 線管 5 と、プラスチック試料 4 間に、X 線フィルタ 6 が配置されている。第 1 X 線フィルタ 6 a はジルコニウムからなり、第 2 X 線フィルタ 6 b は銅からなり、第 3 X 線フィルタ 6 c はモリブデンからなる。第 1 フィルタ 6 a の厚さは 100 μ m 程度、第 2 フィルタ 6 b の厚さは 200 μ m 程度、第 3 フィルタ 6 c の厚さは 40 μ m 程度である。

【選択図】 図 1


認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 2 1 8 1 2 6
受付番号	5 0 2 0 1 1 0 6 0 3 8
書類名	特許願
担当官	第一担当上席 0 0 9 0
作成日	平成 1 4 年 9 月 2 7 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成14年 7月26日
【特許出願人】	申請人
【識別番号】	000004271
【住所又は居所】	東京都昭島市武蔵野 3 丁目 1 番 2 号
【氏名又は名称】	日本電子株式会社
【特許出願人】	
【識別番号】	000232324
【住所又は居所】	東京都昭島市武蔵野 3 丁目 1 番 2 号
【氏名又は名称】	日本電子エンジニアリング株式会社

次頁無



特願 2 0 0 2 - 2 1 8 1 2 6

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 4 2 7 1]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都昭島市武蔵野 3 丁目 1 番 2 号

氏 名

日本電子株式会社

特願 2 0 0 2 - 2 1 8 1 2 6

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 2 3 2 3 2 4]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 9 日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都昭島市武蔵野 3 丁目 1 番 2 号

氏 名 日本電子エンジニアリング株式会社